МАШИНОСТРОЕНИЕ И МАШИНОВЕДЕНИЕ

MACHINE BUILDING AND MACHINE SCIENCE

УДК 53.08 DOI 10.12737/16066

Исследование механических и микрогеометрических характеристик покрытия TiN на подложке из стали 40Х, нанесенного методом ионно-плазменного напыления*

Е. В. Садырин[1], Б. И. Митрин[2], Л. И. Кренев[3], С. М. Айзикович[4]**

[1,2,3,4] Донской государственный технический университет, г. Ростов-на-Дону, Российская Федерация

Study on mechanical and microgeometric characteristics of ion-plasma deposited TiN coating on 40Cr steel substrate ***

E. V. Sadyrin[1], B. I. Mitrin[2], L. I. Krenev[3], S. M. Aizikovich[4]**

[1,2,3,4] Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russian Federation

Проведено исследование покрытия из нитрида титана (TiN), нанесенного методом ионно-плазменного напыления на подготовленную поверхность образца стали 40Х. Для измерения толщины покрытия часть поверхности закрывалась маской из медной фольги. Свойства и характерные особенности микрорельефа поверхности образца до и после нанесения покрытия исследовались с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ). Описана и применена методика определения толщины покрытия с высокой точностью на основе результатов АСМ сканирования переходной между подложкой и покрытием зоны на поверхности образца. Вычисленная неопределенность измеренного значения толщины значительно меньше, чем при использовании других методов. Методом инструментального индентирования измерены механические свойства покрытия; показана важность точного определения толщины для корректного измерения характеристик покрытия методом индентирования.

Ключевые слова: шероховатость, твердость, модуль Юнга, измерение толщины покрытия, инструментальное индентирование, сканирующая зондовая микроскопия.

The ion-plasma sprayed titanium nitride (TiN) coating on the prepared 40Cr steel substrate is investigated. A part of the coating surface was covered by the copper foil mask to measure its thickness afterwards. The properties and characteristics of the sample surface microtopography before and after coating deposition are studied by the atomic-force microscopy (AFM). The technique for the high-precision determination of the coating thickness using the results of the AFM scanning of the transition area between the substrate and the coating on the sample surface is described and applied. The calculated uncertainty of the measured value of thickness is significantly less than in other methods. Mechanical properties of the coating are measured by the instrumental indentation method; the significance of an accurate determination of the correct thickness for measuring the coating characteristics by the indentation technique is shown.

Keywords: roughness, hardness, Young's modulus, coating thickness measurement, instrumented indentation, scanning probe microscopy.

Введение. Использование твердых покрытий в различных отраслях современной промышленности позволяет в значительной степени повысить прочностные, функциональные и трибологические характеристики изготавливаемых изделий, что способствует увеличению срока их эксплуатации. Нитрид титана (TiN) широко используется как материал для износостойких, коррозионностойких, защитно-декоративных покрытий, диффузионных барьеров в электронике, тонких пленок электромеханических систем и т. д. Это обусловлено высокими значениями прочностных характеристик нитрида титана, его химической стабильностью, низким коэффициентом трения, высоким сопротивлением коррозии и износостойкостью, а также высокой термостабильностью и адгезией нитрида титана к подложке [1, 2]. Биологическая совместимость нитрида титана позволяет применять его в ортопедии и ортопедической стоматологии. Функциональные свойства покрытий TiN, как и любых других покрытий, в значительной степени определяются их микроструктурой [3], именно поэтому активно исследуется структура подобных покрытий, её зависимость от условий нане-

* Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (гранты 14-07-00343-а, 15-57-04084-Бел_мол_а, 14-07-00271-а, 15-07-05208-а).

** E-mail:evgeniy.sadyrin@gmail.com, boris.mitrin@gmail.com, lkrenev@yandex.ru, saizikovich@gmail.com

*** The research is done with the financial support from RFFI (grants nos. 14-07-00343-a, 15-57-04084-Bel_mol_a, 14-07-00271-a, 15-07-05208-a.)

сения [4–6], а также толщина полученного покрытия. Известны различные методы определения толщины покрытий (группа магнитных методов, ультразвуковой, радиационный, оптический, емкостный, вихретоковый методы [7], использование направленных волн [8] и другие). Однако, точность их невысока в сравнении с вертикальным разрешением современных сканирующих зондовых микроскопов.

Целью настоящего исследования является изучение структуры и особенностей микрогеометрии покрытия TiN на подложке из стали 40Х, определение его толщины с высокой точностью при помощи сканирующего зондового микроскопа, а также определение механических свойств покрытия при помощи техники инструментального индентирования. Подготовка образца для исследования и эксперименты проводились на оборудовании РЦКП НОЦ «Материалы» ДГТУ.

Определение шероховатости подложки. Перед нанесением покрытия была осуществлена пробоподготовка подложки из стали 40Х в несколько этапов с использованием компонентов и оборудования компании Buehler, США:

1. Резка образца линейной прецизионной пилой IsoMet 4000.
2. Шлифовка и полировка образца на шлифовально-полировальном станке MetaServ 250 с силовой головкой Vector LC 250.

а) Шлифовка SiC абразивной бумагой CarbiMet P180 с подачей холодной воды.

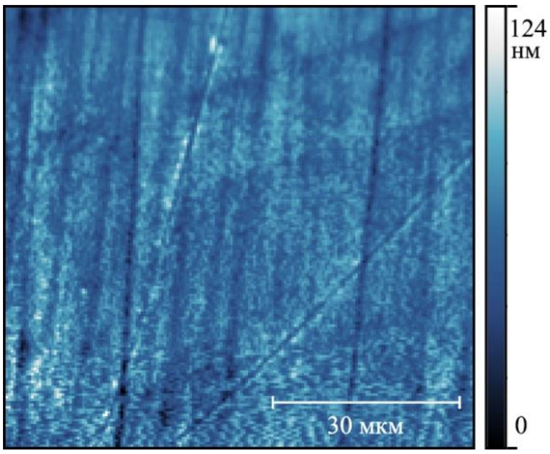
б) Шлифовка SiC абразивной бумагой CarbiMet P400 с подачей холодной воды.

в) Полировка кругом UltraPad (ткань с жестким плетением, без ворса) с использование лубриканта MetaDi Fluid Dialub SW и нано-кристаллической алмазной суспензии MetaDi с частицами: 1) диаметра 9 мкм, 2) диаметра 3 мкм.

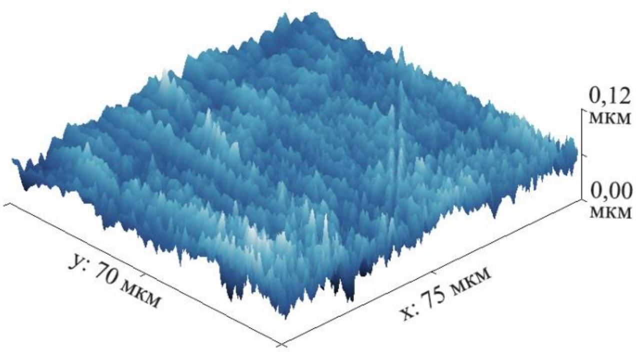
г) Полировка кругом ChemoMet (мягкая пористая химически стойкая синтетическая ткань, без ворса) с использование полировальной суспензии MasterPrep на основе Al_2O_3 (частицы диаметра 0,05 мкм).

В результате была получена зеркальная поверхность образца с максимальной высотой шероховатости R_t = 39,5 нм, и средней шероховатостью R_a = 5,8 нм (рис. 1). Исследование рельефа поверхности проводилось на атомно-силовом микроскопе Nanoeducator (NT-MDT, Россия).

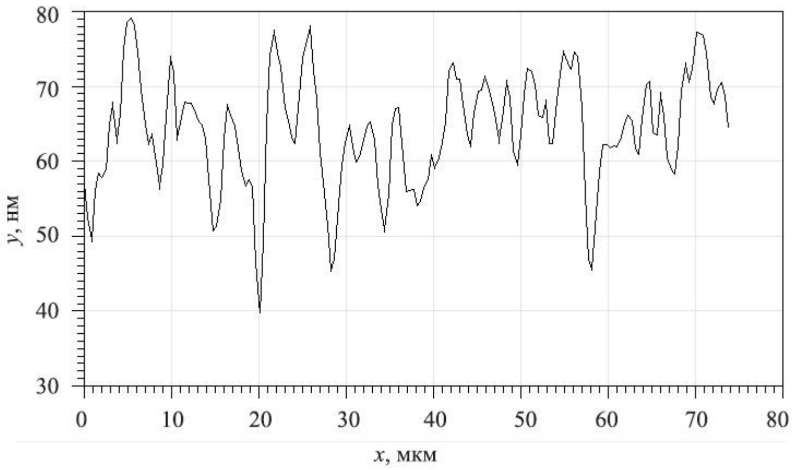
Нанесение покрытия и определение его толщины. Перед нанесением покрытия часть подложки закрывалась маской из медной фольги для последующей оценки толщины покрытия. Покрытие TiN наносилось на установке Булат 6М лаборатории прецизионного литья и вакуумно-плазменных технологий НОЦ «Материалы» ДГТУ. Перед нанесением покрытия для лучшей адгезионной способности подложки образцы нагревались до температуры 550–600 °С и производилась ионная очистка поверхности. Осаждение осуществлялось при напряжении питания подложки 60–65 В и токе 130–140 А. Перед напылением в вакуумной камере создавалось давление ~$1{,}5 \cdot 10^{-8}$ Па, а затем для протекания плазмохимической реакции в камеру подавался азот (до давления ~$1{,}5 \cdot 10^{-7}$ Па) Напыление осуществлялось посредством двух электродуговых испарителей-катодов (верхняя и боковая пушка).



а)



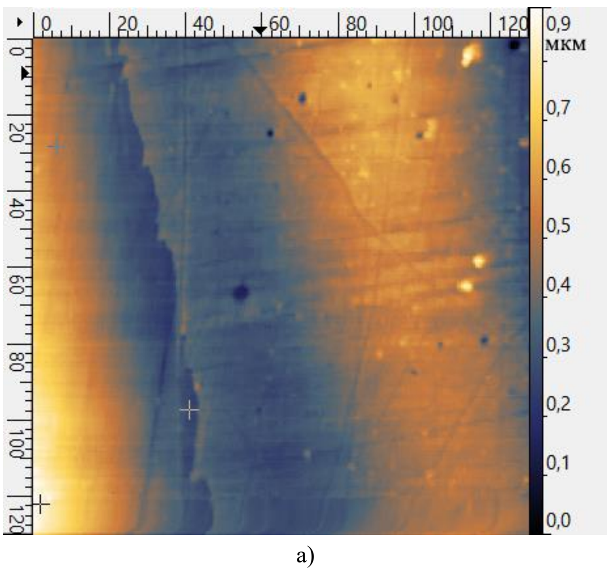
б)



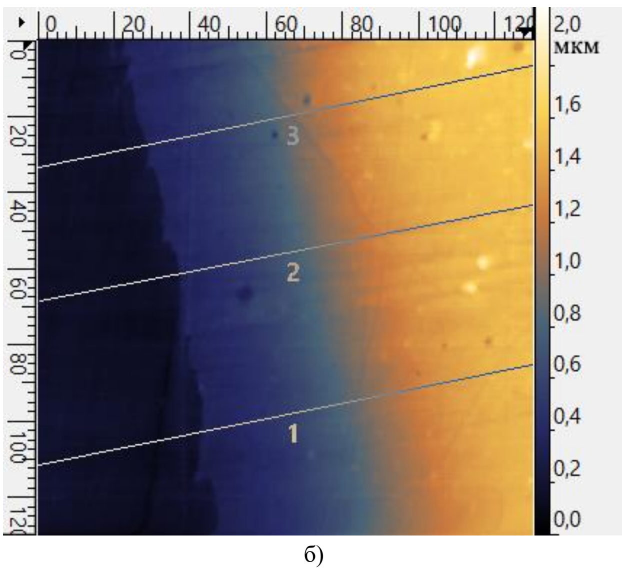
в)

Рис. 1. Рельеф поверхности подложки из стали 40Х: а — двумерное изображение; б — трехмерное изображение; в — профиль поверхности

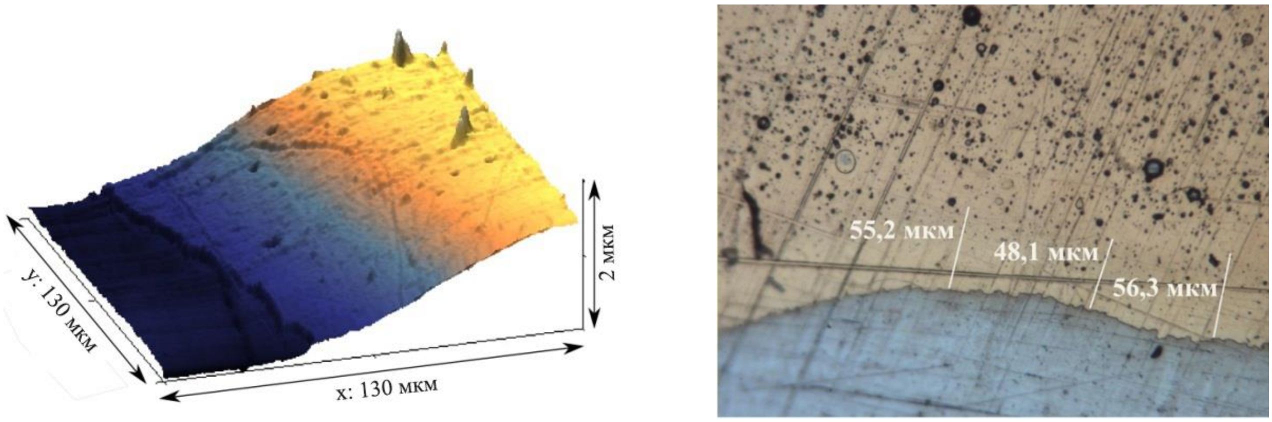
Для определения толщины покрытия было произведено АСМ сканирование поверхности образца на границе теневой маски. Двумерная АСМ-профилограмма, полученная после первоначальной автоматизированной обработки программным обеспечением микроскопа, представлена на рис. 2, а. Дальнейшая обработка осуществлялась в программе Gwyddion [9]. Поскольку толщина покрытия измерялась от уровня подложки, первым шагом обработки являлось вычитание поверхности подложки из полученного изображения. Отполированную подложку можно считать плоской. Как известно, плоскость можно построить по трем точкам пространства. Автоматическое вычитание плоскости в данном случае не дает нужного результата, так как некоторые точки могут попасть на часть изображения, относящуюся к покрытию. Поэтому с помощью инструмента «вычитание плоскости» были выбраны три точки, располагающиеся на подложке. Точки (отмечены знаками «+» на рис. 2, а) выбирались таким образом, чтобы перепад высот в пределах видимости подложки был минимальным. Результат приведен на рис. 2, б и в объёмном виде на рис. 2, в. При сканировании видно подложку, границу покрытия и переходную зону, в пределах которой толщина покрытия постепенно нарастает по мере удаления от границы. Данная переходная зона хорошо заметна и в оптический микроскоп (рис. 2, г). Различимая в оптический микроскоп ширина переходной зоны составляет 50–60 мкм, на АСМ скане — 90–100 мкм.



а)



б)



в) г)

Рис. 2. Поверхность образца вблизи границы теневой маски:
а — АСМ изображение после автоматической обработки; б — после вычитания плоскости;
в — объёмное АСМ изображение; г — изображение, полученное с помощью оптического микроскопа

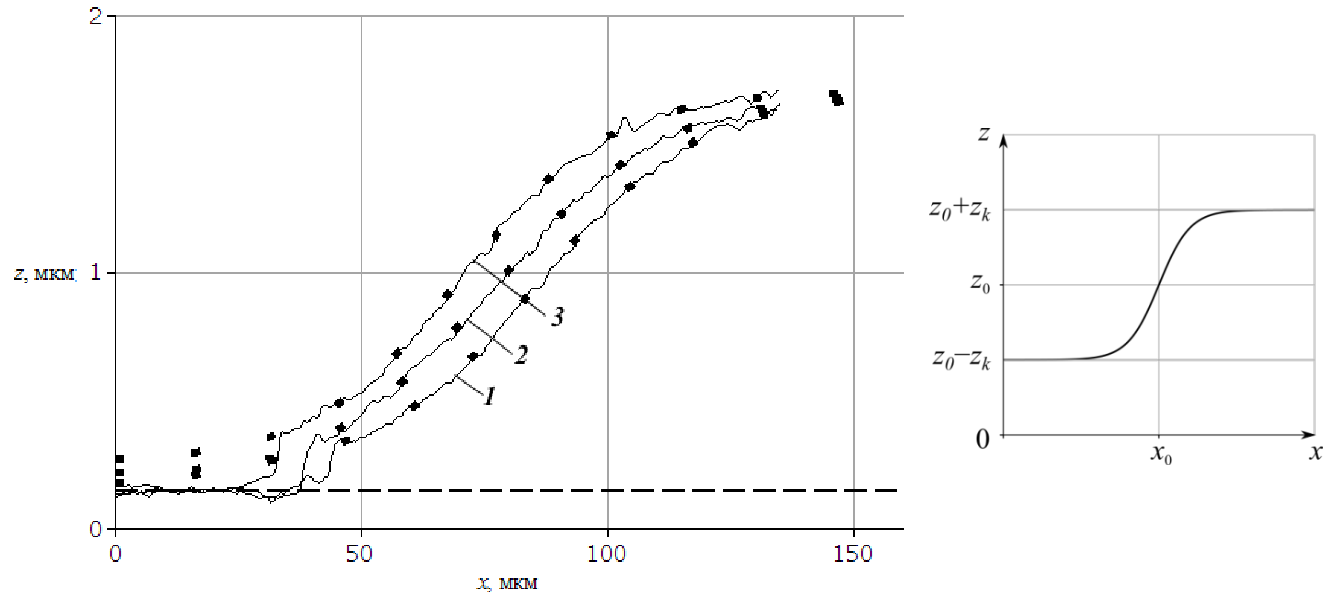
После вычитания плоскости были извлечены три профиля по линиям, параллельным друг другу и перпендикулярно границе покрытия, таким образом, чтобы линии не пересекали локальные особенности поверхности (выступы и впадины). Линии, вдоль которых извлекались профили, изображены на рис. 2, б. На полученных профилях (рис. 3) видно нарастание толщины покрытия по мере удаления от подложки по сигмоиде, которую можно описать логистической функцией вида

$$z = f(x) = z_0 + \left(\frac{2}{1+e^{(x_0-x)x_k}} - 1\right) z_k , \quad (1)$$

где x_0, z_0 — координаты точки перегиба сигмоиды; x_k, z_k — параметры аппроксимации. Предел функции (1) при $x \to \infty$, соответствующий плоскости покрытия, равен $z_0 + z_k$.

Для определения толщины покрытия h из этой величины вычиталась медиана уровня подложки z_m (рис. 3):

$$h = z_0 + z_k - z_m .$$



а) б)

Рис. 3. а — линии профиля (—), их аппроксимации (· · ·) и линия уровня подложки (– –);
б — график, аппроксимирующей профиль функции

При этом погрешность определения толщины складывается из среднеквадратического отклонения уровня подложки σ_{z_m} и стандартной ошибки функции профиля $SD_{\bar{f}}$.

Параметры x_0, z_0, x_k, z_k аппроксимации (1) определялись с помощью метода наименьших квадратов, полученные значения вместе со стандартными отклонениями приведены в табл. 1. Профили вместе с аппроксимирующими их кривыми $z = f_i(x)$ и медианой уровня подложки z_m изображены на рис. 3.

Таблица 1

Параметры аппроксимации полученных профилей функцией (1)

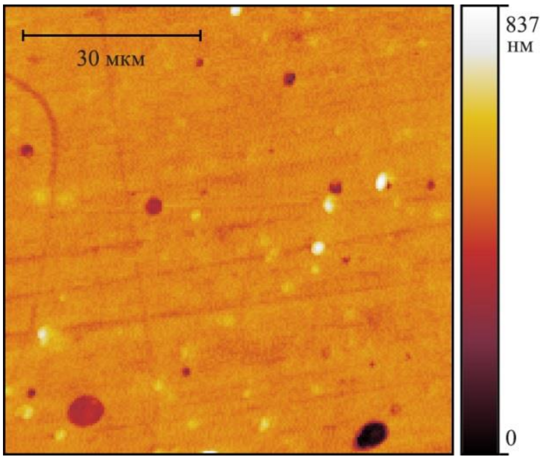
№ профиля	x_0, мкм	z_0, мкм	$x_k \cdot 10^{-5}$	$x_k \cdot 10^{7}$	h_i, мкм	σ_{f_i}, мкм
1	70,743	0,982	6,651	7,235	1,556	0,013
2	75,903	0,919	5,445	7,930	1,562	0,012
3	85,939	0,951	5,966	7,515	1,552	0,010

Для остальных параметров были получены следующие значения: $z_m = 0{,}150$, $\sigma_{z_m} = 0{,}008$, $SD_{\bar{h}} = 0{,}004$, $SD_{\sigma_{\bar{f}}} = 0{,}001$.

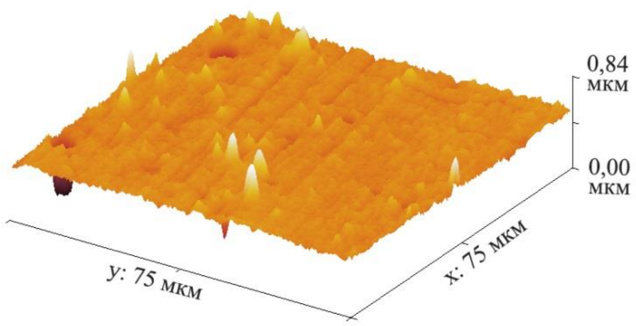
В качестве значения толщины принималась выборочное среднее, а ширина доверительного интервала определялась как $\sigma_{z_m} + SD_{\bar{h}} + SD_{\sigma_{\bar{f}}}$. Таким образом, получено значение толщины покрытия $h = 1{,}557 \pm 0{,}013$ мкм.

Предложенный метод плохо подходит для измерений на готовых изделиях, однако, высокая точность позволяет рекомендовать его использование в исследовательских целях, а также для измерения толщины покрытия образцов-свидетелей.

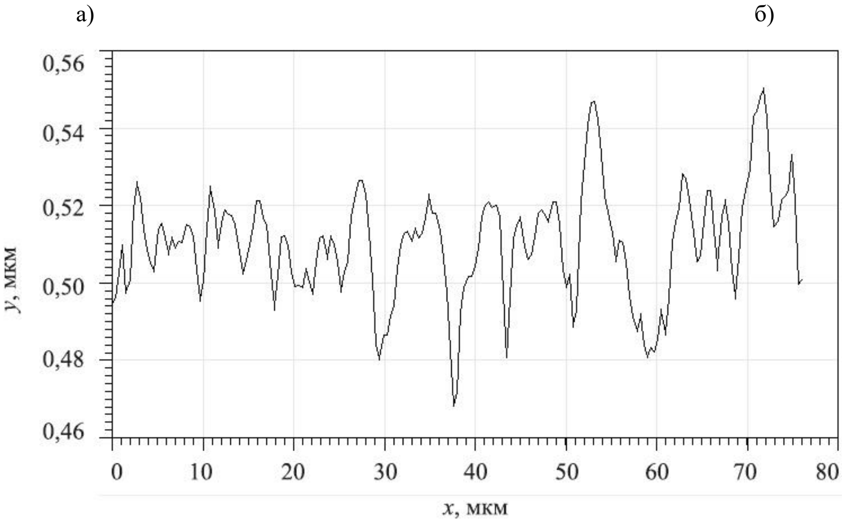
Определение шероховатости покрытия и особенности его структуры. АСМ Nanoeducator был также использован для исследования микрогеометрии поверхности покрытия, результаты которого показаны на рис. 4. Максимальная высота шероховатости составила $R_t = 81{,}5$ нм, при этом средняя шероховатость $R_a = 10{,}7$ нм.



а)



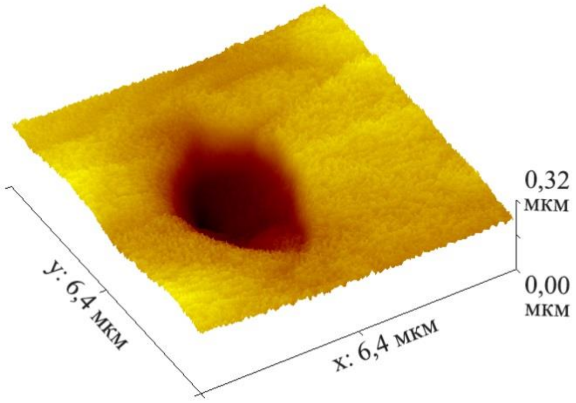
б)



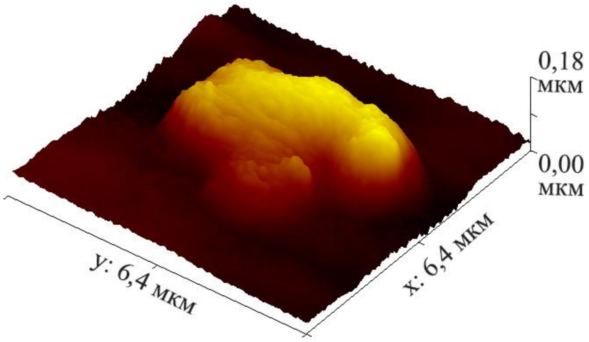
в)

Рис. 4. Рельеф поверхности покрытия TiN на подложке из стали 40Х:
а — двумерное изображение; б — трехмерное изображение; в — профиль поверхности

Кроме периодических микронеровностей на поверхности покрытия обнаружены каверны (рис. 5, а) и закристаллизовавшиеся капли (рис. 5, б), являющиеся артефактами напыления. Методическая особенность проводимых исследований заключалась в том, что области вблизи крупных артефактов исключались из измерений профиля поверхности и механических свойств покрытия.



а)



б)

Рис. 5. Особенности микрогеометрии поверхности покрытия TiN: а — каверна, образованная каплей титана, на поверхности покрытия TiN; б — закристаллизовавшаяся капля титана на поверхности покрытия TiN

Исследование механических свойств покрытия. Механические свойства покрытия TiN определялись посредством инструментального индентирования на установке Nanotest Platform 3 (Micro Materials, Великобритания) с использованием функционального блока «Nanotest», позволяющего осуществлять нагрузки в диапазоне от 0,5 мН до 500 мН. Эксперименты проводились в камере, при постоянной температуре. Для обеспечения защиты установки от механических вибраций она устанавливается на виброзащитной платформе с воздушной подушкой. Во всех экспериментах использовался индентор Берковича с алмазным наконечником, предназначенный для проведения экспериментов при температуре до 500 ºC, с радиусом закругления вершины ~ 100 нм.

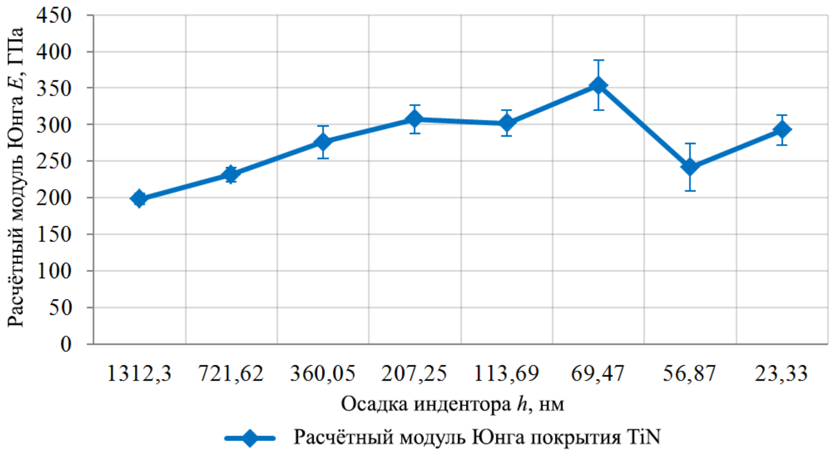
Оптический микроскоп прибора, позиционно синхронизированный с индентором измерительно-силовой ячейки, использовался не только для наблюдения остаточных отпечатков после полной разгрузки, но и для поиска места нанесения укола, свободного от разного рода поверхностных дефектов (используется 4 объектива, максимальное увеличение 400 крат) [10]. Важно, чтобы на результаты измерений не влияло наличие в области контакта границ образца наплывов и впадин, вызванных предыдущими индентированиями в серии. С этой целью места уколов позиционировались таким образом, чтобы отстоять от границ образца на расстояние минимум трех их диаметров, и минимальное расстояние между отпечатками, как минимум, в пять раз превышало самый большой диаметр отпечатка [11].

Перед проведением экспериментов были проделаны все необходимые калибровки установки (нагрузка, функция площади индентора, податливость установки) на стандартном образце плавленого кварца, проверенные на стандартном образце сапфира. Перед каждым испытанием дополнительно проводилась балансировка маятника и тест сигнала глубины, также непосредственно в начале эксперимента установка выполняла автоматизированную калибровку сигнала глубины в дополнение ко всем калибровкам, проделанным вручную. Параметры эксперимента фиксировались для каждой серии из 20 индентов. Окончательное значение измеряемой величины определялось как выборочное среднее, в качестве доверительного интервала использовалось стандартное (среднеквадратичное) отклонение по выборке.

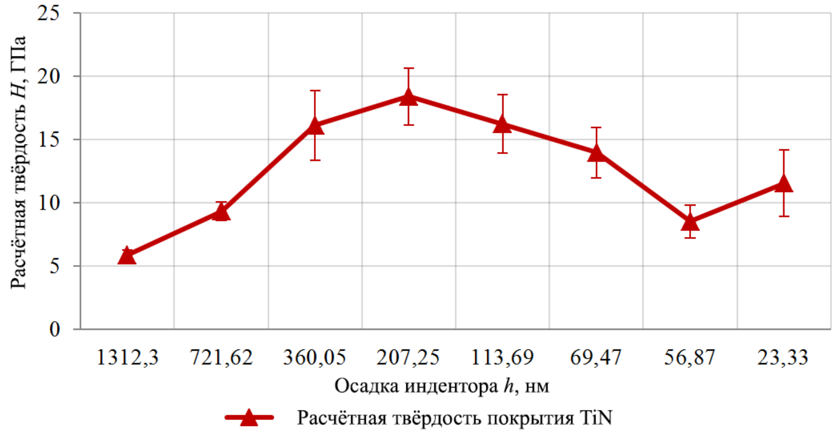
Анализ результатов в данной работе осуществлялся по методу Оливера – Фарра [12]. Этот метод, взятый в настоящее время за основу многих национальных и международных [13] стандартов для проведения механических испытаний методом непрерывного вдавливания индентора, позволяет корректно определять в широком диапазоне нагрузок механические характеристики материала с учетом реального закругления в вершине пирамидального индентора, упругого прогиба поверхности в области контакта, жесткости силового контура прибора, дрейфов и др.

Перед проведением индентирования покрытия TiN была исследована подложка образца. Время нагрузки-удержания-разгрузки — 30–30–30 с. При нагрузке 500 мН для подложки были определены её микротвердость H (3,17 ± 0,23 ГПа) и модуль Юнга E (212,19 ± 4,9 ГПа).

По результатам экспериментов по инструментальному индентированию покрытия TiN установлена зависимость определяемых методом Оливера – Фарра значений модуля Юнга и твердости от нагрузки и глубины внедрения, которая иллюстрируется рис. 6 и табл. 2.



а)



б)

Рис. 6. Зависимость расчетных твердости (а) и модуля Юнга (б) покрытия TiN, определенных из эксперимента по индентированию, от глубины внедрения

Для корректного определения механических свойств покрытия учитывалась необходимость соблюдения следующих условий согласно [13]:

1. Толщина испытуемого образца должна превышать глубину индентирования минимум в 10 раз (что также отмечено в [11]).
2. Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результата измерения глубины индентирования, глубина внедрения должна соответственно быть больше, как минимум в 20 раз, средней арифметической шероховатости R_a.

Таблица 2

Результаты серии экспериментов по инструментальному индентированию покрытия TiN

P, мН	h, нм	E, ГПа	H, ГПа
200	1312,30 ± 42,74	198,20 ± 7,5	5,85 ± 0,43
100	721,62 ± 29,98	231,92 ± 9,65	9,32 ± 0,72
50	360,05 ± 32,7	276,06 ± 22,45	16,10 ± 2,75
25	207,25 ± 15,66	307,81 ± 19,37	18,38 ± 2,25
10	113,69 ± 8,95	302,04 ± 17,44	16,20 ± 2,3
5	69,47 ± 6,4	353,61 ± 34,21	13,94 ± 2
2,5	56,87 ± 5,77	241,71 ± 32,14	8,52 ± 1,3
1	23,33 ± 2,42	292,86 ± 20,54	11,53 ± 2,64

Из рис. 6, а и табл. 2 видно, что расчетное значение модуля Юнга (если не принимать во внимание результаты при глубине внедрения $h < 20R_a$) убывает по мере увеличения глубины вдавливания и приближается к значению, полученному для подложки, что соответствует усилению влияния упругих свойств подложки на результат эксперимента.

С учетом того, что толщина покрытия составляет h = 1,557 ± 0,013 мкм, при этом R_a = 10,7 нм, корректными результатами для данной толщины можно считать результаты, полученные при силе внедрения P = 25 мН (глубина внедрения при этом составила h = 207,25 ± 15,66 нм). Таким образом, модуль Юнга покрытия TiN, определенный в соответствии с [13], составил E = 307,81 ± 19,37 ГПа.

Поведение величины твердости индентирования (рис. 6, б) в зависимости от глубины внедрения имеет более сложный характер. Несмотря на то, что данные, полученные при нагрузках 25, 50, 100, 200 соответствуют определению микротвердости по [13], между полученными при 200 и 25 мН значениями наблюдается трехкратное различие. Поэтому говорить о микротвердости покрытия безотносительно величины приложенной нагрузки в данном случае некорректно. Определенный практический смысл имеет сравнение твердости покрытия и подложки при одинаковой нагрузке. Так, при нагрузке 200 мН нанесение покрытия приводит к увеличению твердости индентирования в 1,5 раза: с 3,58 до 5,85 ГПа, а при 50 мН в 4 раза: 4,02 до 16,10 ГПа.

Выводы. Изучены механические свойства, структура, толщина и особенности микрогеометрии покрытия TiN на подложке из стали 40Х. Рассчитана шероховатость и определены особенности микроструктуры покрытия, которые необходимо учитывать при проведении экспериментов. Предложен метод определения толщины покрытия с помощью атомно-силовой микроскопии, демонстрирующий высокую точность. Показано, что возможность точного измерения модуля Юнга покрытия методом Оливера – Фарра возможно в ограниченном диапазоне глубин воздействия, так как при глубинах, сопоставимых с величиной средней шероховатости, возрастает неопределенность результатов измерений, а при увеличении глубины вдавливания определяемое значение модуля Юнга стремится к таковому для подложки. Комплексное АСМ-исследование обеспечивает выбор корректной глубины воздействия для определения модуля Юнга покрытия при инструментальном индентировании. Результаты эксперимента показали, что нанесение покрытия привело к увеличению микротвердости образца в 1,5–4 раза при различной величине приложенной нагрузки. Было определено значение модуля Юнга покрытия TiN, которое составило 307,81 ± 19,37 ГПа.

Библиографический список

1. Zhang, S. TiN coating of tool steels: a review / S. Zhang, W. Zhu // Journal of Materials Processing Technology. — 1993. — Vol. 39. — P. 165–177.
2. Кудряков, О. В. Комплексная индент-диагностика металлокерамических нанокомпозиционных покрытий / О. В. Кудряков, В. Н. Варавка // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. — 2014. — Т. 80, № 11. — С. 48–53.
3. Наноструктурные и нанокомпозитные сверхтвердые покрытия / А. Д. Коротаев [и др.] // Физическая мезомеханика. — 2005. — Т. 8, № 5. — С. 103–116.
4. Hainsworth, S. V. The effect of the substrate on the mechanical properties of TiN coatings / S. V. Hainsworth, W .C. Soh // Surface and Coatings Technology. — 2003. — Vol. 163–164. — P. 515–520.
5. Titanium nitride/vanadium nitride alloy coatings: mechanical properties and adhesion characteristics / B. A. Latella [et al.] // Surface and Coatings Technology. — 2006. — Vol. 200. — P. 3605– 3611.
6. Влияние давления азота при осаждении сверхтвердых TiN покрытий на их свойства / А. А. Андреев [и др.] // Физическая инженерия поверхности. — 2007. — Т. 5, № 3—4. — С. 203–206.
7. Состояние методов и средств контроля толщины покрытий (обзор) / С. Н. Глоба [и др.] // Вестник НТУ «ХПИ». — 2014. — № 19 (1062). — С. 84–112.
8. Non-destructive evaluation of coating thickness using guided waves / P.-C. Ostiguy [et al.] // NDT & E International. — 2015. — Vol. 76. — P. 17–25.
9. Nečas, D. Gwyddion: an open-source software for SPM data analysis / D. Nečas, P. Klapetek // Cent. Eur. J. Phys. — 2012. — Vol. 10, iss. 1. — P. 181–188.
10. Головин, Ю. И. Наноиндентирование как средство комплексной оценки физико-механических свойств материалов в субмикрообъемах (обзор) / Ю. И. Головин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. — 2009. — Т. 75, № 1. — С. 45–59.
11. Bull, S. J. New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films / S. J. Bull, D. S. Rickerby // Surface and Coatings Technology.— 1990. — Vol. 42. — P. 149–164.
12. Oliver, W. C. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / W. C. Oliver, G. M. Pharr // Journal of Materials Research.— 1992. — Vol. 7, iss. 6. — P. 1564–1583.
13. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний: ГОСТ Р 8.748 — 2011 (ИСО 14577-1:2002) / Государственная система обеспечения единства измерений. — Москва : Стандартинформ, 2013. — 24 с.

References

1. Zhang, S., Zhu, W. TiN coating of tool steels: a review. Journal of Materials Processing Technology, 1993, vol. 39, pp. 165–177.

2. Kudryakov, O.V., Varavka, V.N. Kompleksnaya indent-diagnostika metallokeramicheskikh nanokompozitsionnykh pokrytiy. [Integrated Indentation Tests of Metal Nanocomposite Coatings.] Industrial laboratory. Material diagnostics. 2014, vol. 80, no. 11, pp. 48–53 (in Russian).

3. Korotayev, A.D., et al. Nanostrukturnye i nanokompozitnye sverkhtverdye pokrytiya. [Nanostructured and nanocomposite superhard coatings.] Physical Mesomechanics, 2005, vol. 8, no. 5, pp. 103–116 (in Russian).

4. Hainsworth, S.V., Soh, W.C. The effect of the substrate on the mechanical properties of TiN coatings. Surface and Coatings Technology, 2003, vol. 163–164, pp. 515–520.

5. Latella, B.A., et al. Titanium nitride/vanadium nitride alloy coatings: mechanical properties and adhesion characteristics. Surface and Coatings Technology, 2006, vol. 200, pp. 3605– 3611.

6. Andreev, A.A., et al. Vliyanie davleniya azota pri osazhdenii sverkhtverdykh TiN pokrytiy na ikh svoystva. [The effect of nitrogen pressure on the properties of superhard TiN coatings during their deposition.] Physical Surface Engineering, 2007, vol. 5, no. 3-4, pp. 203–206 (in Russian).

7. Globa, S.N., et al. Sostoyanie metodov i sredstv kontrolya tolshchiny pokrytiy (obzor). [State of methods and control facilities of coating thickness (survey).] Vestnik NTU "KhPI", 2014, no. 19 (1062), pp. 84–112 (in Russian).

8. Ostiguy, P.-C., et al. Non-destructive evaluation of coating thickness using guided waves. NDT & E International, 2015, vol. 76, pp. 17–25.

9. Nečas, D., Klapetek, P. Gwyddion: an open-source software for SPM data analysis. Cent. Eur. J. Phys., 2012, vol. 10, iss. 1, pp. 181–188.

10. Golovin, Y.I. Nanoindentirovanie kak sredstvo kompleksnoy otsenki fiziko-mekhanicheskikh svoystv materialov v submikroob"emakh (obzor). [Nanoindentation as a comprehensive assessment of physical and mechanical properties of materials in sub-microvolumes (survey).] Industrial laboratory. Material diagnostics. 2009, vol. 75, no. 1, pp. 45–59 (in Russian).

11. Bull, S.J., Rickerby, D.S. New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films. Surface and Coatings Technology, 1990, vol. 42, pp. 149–164.

12. Oliver, W.C., Pharr, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, 1992, vol. 7, iss. 6, pp. 1564–1583.

13. National Uniform Measurement Assurance System. Metally i splavy. Izmerenie tverdosti i drugikh kharakteristik materialov pri instrumental'nom indentirovanii. Chast' 1. Metod ispytaniy: GOST R 8.748 — 2011 (ISO 14577-1:2002) [Metals and alloys. Measurement of hardness and other properties of materials under tool indentation. Part 1. Test method: State standard P 8.748 — 2011 (ISO 14577-1: 2002)] Moscow: Standartinform, 2013, 24 p. (in Russian).

Поступила в редакцию 17.09.2015
Сдана в редакцию 20.09.2015
Запланирована в номер 23.09.2015